

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-116980

(43)Date of publication of application : 14.05.1993

(51)Int.Cl.

C03B 37/018

G02B 6/00

(21)Application number : 03-307047

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 25.10.1991

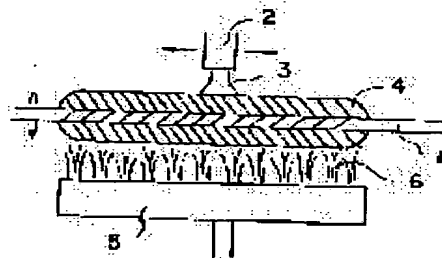
(72)Inventor : YOKOGAWA KIYOSHI
KAMIYA KAZUO

(54) PRODUCTION OF PERFORMED BASE MATERIAL FOR OPTICAL FIBER

(57)Abstract:

PURPOSE: To diminish a density difference and to decrease foreign matter and bubbles in an OVD method by respectively independently providing a burner for deposition and a burner for controlling the density of the deposited base material and adjusting the density to a prescribed average deposition density.

CONSTITUTION: The porous glass base material 4 is deposited on the outer periphery of a glass rod 1 for a core and is sintered to form transparent glass. The burner 2 for deposition of the porous glass and the burner for controlling the density of the deposited base material (for example, oxyhydrogen flame burner 5) are provided respectively independently in this CVD method. The flame 6 of the above-mentioned burner 5 is blown at all times and the density difference of the porous glass base material 4 formed by the deposition of the fine silica glass particles generated from the above-mentioned burner 2 is adjusted.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 28.07.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 05.03.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3212331

[Date of registration] 19.07.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2001-05064

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 04.04.2001

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 5 - 1 1 6 9 8 0

(43) 公開日 平成5年(1993)5月14日

(51) Int. Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 B 37/018	C	7224-4 G		
G 0 2 B 6/00	3 5 6 A	7036-2 K		

審査請求 未請求 請求項の数 4

(全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平3-307047

(22) 出願日 平成3年(1991)10月25日

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社
東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 横 川 清

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学
工業株式会社精密機能材料研究所内

(72) 発明者 神屋 和雄

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学
工業株式会社精密機能材料研究所内

(74) 代理人 弁理士 山本 亮一 (外1名)

(54) 【発明の名称】 光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【目的】 本発明は異物や気泡の含まれていないことから、これを線引きして得た光ファイバに切断などの事故がなく、安定して光ファイバを製造することができる、光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法を提供するものである。

【構成】 外付法によってコア用ガラス棒の外周に多孔質ガラスを堆積し、これを焼結透明ガラス化してなる光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法において、多孔質ガラス堆積用バーナーと堆積母材密度コントロール用バーナーとを各々独立に設け、平均堆積密度を 0.3～2.2g/cm³に調節することを特徴とする光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 外付法によってコア用ガラス棒の外周に多孔質ガラス母材を堆積し、これを焼結透明ガラス化してなる光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法において、多孔質ガラス堆積用バーナーと堆積母材密度コントロール用バーナーとを各々独立に設け、平均堆積密度を $0.3 \sim 2.2 \text{ g/cm}^3$ に調節することを特徴とする光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法。

【請求項 2】 密度コントロールバーナーにより各層間の低密度層をコントロールしながら、スートの断面の密度変化を調節する請求項 1 に記載した光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法。

【請求項 3】 密度コントロールバーナーには燃料ガス、助燃ガスを用いるガスを燃焼させ、空気、不活性ガス、スチーム、 SiCl_4 などを混合して温度を変えるようにしてなる請求項 1 に記載した光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法。

【請求項 4】 密度コントロール用バーナーがコアガラス棒の全長に沿って設置され、常に堆積面にガスが吹きつけられる請求項 1 に記載した光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法、特に外付法により大型の光ファイバ用プリフォーム母材を安定に製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 光ファイバ用プリフォーム母材は一般に VAD 法、OVD 法、MCVD 法などの方法で多孔質ガラス母材を作成し、ついでこれを焼結透明ガラス化するという方法で製造されている。

【0003】 近年、大型の光ファイバ用プリフォーム母材の製造には OVD 法（外付法）を用いる場合があるが、OVD 法による多孔質ガラス母材の製造は例えば図 3 に示したように、コア用ガラス棒 11 を回転させながら、これにその軸方向左右に往復移動する四塩化けい素、酸素ガス、水素ガスの送入されている酸水素火炎バーナー 12 からの酸水素火炎 13 を吹きつけ、四塩化けい素の火炎加水分解で発生したシリカガラス微粒子をコア用ガラス棒 11 の上に一層づつ積層させて多孔質ガラス母材 14 を得るという方法で行なわれている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、この OVD 法による多孔質ガラス母材の製造では一般的に一本のバーナーを用いて行なわれ、ガラス微粒子の堆積と、堆積層の密度調整とが同時に行われており、多孔質ガラス母材が長尺、大口径となり、大型化すると、母材の密度が低下し、強度が弱くなってクラックが発生したり、密度調整をすることも困難となる。

【0005】 また、これについては脱水、焼結用の装置が巨大化して装置費用、設備空間、電力費などが大きくなり、生産コストが上昇するという不利があり、これを改善するためにバーナーのガス条件や回転数を変えたり、バーナーのトラバース速度を変えるなどの方法も採られているが、堆積密度に影響を与えないで密度の調整を行なうことはできず、また一層の堆積厚さを変更するような密度の変更は層間の密度差が大きくなり、このような各層間の密度差を有する多孔質ガラス母材の焼結の作られた光ファイバ用プリフォーム母材は脱水処理がしにくく、特性のバラツキが生じ、気泡が形成されやすいし、これから光ファイバを作るとこれには切断という問題が生ずるという不利がある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明はこのような不利を解決した光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法に関するものであり、これは外付法コア用ガラス棒の外周に多孔質ガラス母材を堆積し、これを焼結透明ガラス化してなる光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法において、多孔質ガラス堆積用バーナーと堆積母材密度コントロールバーナーとを各々独立に設け、平均堆積密度を $0.3 \sim 2.2 \text{ g/cm}^3$ に調節することを特徴とするものである。

【0007】 すなわち、本発明者らは OVD 法による孔質ガラス母材の製造時における密度の調整法について種々検討した結果、多孔質ガラス母材を酸水素火炎バーナーで発生したシリカガラス微粒子の堆積で行なわせる際に、このコア用ガラス棒または形成しつつある多孔質ガラス母材の全長にわたって例えば酸水素火炎などの加熱ガスを吹付ければ、この火炎の吹付けにより、堆積バーナーの反応条件と独立に堆積密度コントロールが可能となり、これによって多孔質ガラス母材における平均密度調整と各層間の密度差も少なくすることができ、気泡の異物の少ない大型の多孔質母材の製造が容易に、かつ高収率で堆積できるようになることを見出して本発明を完成させた。以下にこれをさらに詳述する。

【0008】

【作用】 本発明は光ファイバを安定に製造することができる光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法に関するものである。

【0009】 本発明による光ファイバ用プリフォーム母材を作るための多孔質ガラス母材の製造は OVD 法（外付け法）で行なわれているが、この OVD 法では前記したように回転しているコア用ガラス棒の上にその軸方向にそって左右に往復運動している酸水素火炎バーナーからの火炎が吹付けられ、四塩化けい素の火炎加水分解で発生したシリカガラス微粒子がガラス棒上に堆積される。

【0010】 母材が太径になるに従い、堆積用バーナーのバーナー炎による熱量が相対的に不足し、それにつれ

て多孔質母材の密度は低下する。特にバーナー数が1本あるいは少数で、長いコアガラス棒上を往復移動する場合は、スートへの加熱時間に比較し冷却時間が長く、熱バランスがくずれ、スタート開始時と同じ回転数又は同じバナートラバース速度では強度維持に必要な熱エネルギーは得られず、密度は低下し母材密度が低下して殆ど割れることになる。堆積バーナーだけで密度も同時にコントロールを行うと密度コントロールに限界があるだけでなく、形状劣化による割れや、あるいは堆積速度、堆積効率等が低下する欠点がある。

【0011】回転数を遅くすることは1回転あたりの堆積量が増加し、一層の膜厚が厚くなり、一層の温度差が大きくなると言う理由で高密度部はより高く、低密度部はより低く、密度差は拡大される。密度差が大きいと低密度部はより割れやすくなる。また、割れの原因だけでなく、高密度層があるためガスの移動が困難となり、脱水処理が難しくなったり、溶解、透明ガラス化時に脱気が行えず、気泡残留の原因となる。そこで堆積バーナーは、堆積に最も適した条件を選び、密度は別の加熱手段に任せ、各々が最も効率のよい条件を選ぶことが有効であると判明した。

【0012】密度の調節には種々の方法が考えられるが、本法ではコア用ガラス棒の全長に加熱したガスを常時吹き付け、低密度化となりやすい、低温低密な堆積層を補助加熱バーナーで加熱し、熱量不足を補うことが効果的であった。すなわち、堆積用バーナーとは別にコア用ガラス棒の全長を別の加熱ガス流で加熱すれば上述のトラブルは全て解消することが分った。特に本加熱バーナーは密度を高めるといふより、1層間での密度の低い部分の密度をコントロールすること、すなわち層間での低密度部の密度をコントロールして全体の平均密度をコントロールすることを目的とするものである。

【0013】本発明はこのような不利を解決したもので、これは図1に示したようにコア用ガラス棒1の全長にわたり、この軸方向に沿ってガス吹付け用バーナー5を設置し、これからコア用ガラス棒1に向けて例えば常時酸水素火炎6を吹付けるようにするものである。これによればコア用ガラス棒1では常時酸水素火炎バーナー2から発生するシリカガラス微粒子の堆積で多孔質ガラス母材4が形成され、堆積面での密度差調整は常時高温ガス、例えば酸水素火炎6の調節により独立にこれを容易に調整することができるという有利性が与えられる。

【0014】ここに使用される火炎吹付け用バーナー5例えば図1に示したように円筒バーナーを並べるか、あるいは角形長方形のものとするればよいが、これはコア用ガラス棒またはここに成長しつつある多孔質ガラス母材の全長にわたって火炎を吹付けられるものであればよい。複数のバーナーは熱で途切れない長さで等間隔に並べたものであればその形状、構造、向きはどのようなものであってもよい。

【0015】しかし、複数バーナーを用いた場合、火炎吹付け用バーナー5から発生させる火炎はこのバーナーに酸素ガスと水素ガスを供給する酸水素火炎とするだけでなく、加熱ガスを均一化するために、このバーナー部もコアガラス棒上を軸方向に往復運動することも有効であるが、さらには堆積の初期にはターゲットの熱容量が小さいために、これに四塩化けい素を添加したものとし、この火炎をその火炎加水分解で発生したシリカガラス微粒子を含有したものとしてもよく、これによればこのシリカガラス微粒子がコア用ガラス棒に堆積してクラッド層の一部となるので、シリカガラス微粒子堆積の生産性が向上される。

【0016】また、大口径になってきた多孔質ガラス母材における堆積層の密度調整はシリカガラス微粒子の堆積層表面を焼きしめ焼結させてこの部分を密度の高いものとするためのものである。これはコア用ガラス棒1の上に形成されつつある多孔質ガラス母材4の表面を300～1,300℃程度に加熱すればよく、これによればシリカ堆積層の表面密度を例えば0.3～2.2g/cm³の均一な密度に調整することができ、半径方向に自由に密度分布がつけられるので、各層の密度がコントロールされ各層間での密度差の少ない、したがって大型化してもクラックの発生することのない多孔質ガラス母材を容易に得ることができ、最終的にはこれによれば直接密度2.2g/cm³のインゴット製プリフォームが得られるという有利性が与えられる。

【0017】なお、このようにして作られた多孔質ガラス母材は異物含有量が少ないという特長があり、堆積バーナーとは独立に密度調整が行なわれることから大口径で長尺のものが可能となり、スート状での破壊が生ぜず、これを常法で焼結し、透明ガラス化して得た光ファイバ用プリフォーム母材は気泡のないものとなり、したがってこれを線引きして光ファイバを作るときにも切断などの事故が生じないので安定して長尺の光ファイバを得ることができるという有利性が与えられる。

【0018】

【実施例】つぎに本発明の実施例、比較例をあげる。

実施例、比較例

水素ガス、酸素ガスを供給して酸水素火炎を発生するようにした石英ガラス3重管バーナー11本を並べた火炎吹付け用バーナー5を取りつけた図1に示したような装置を用い、これに外径30mm、長さ500mmのコア用に設計された石英ガラス棒1をセットして20rpmで回転させ、この石英ガラス棒1に沿ってその全長にわたり100mm/分の速度で往復運動する酸水素火炎バーナー2にSiCl₄、水素ガス、酸素ガスを送った。

【0019】この火炎加水分解で発生したガラス微粒子をガラス棒1に吹付けると共に、上記した火炎吹付け用バーナーからの火炎をコア用石英ガラス棒の全長にわたって吹付け、母材の径が太くなるにつれて火力を調節

し、ガラス棒1の外周にガラス微粒子を一層ずつ積層させて外径136mm、長さ460mmの多孔質ガラス母材を製造したところ、この母材は表面が固く、手を触れたり、抱いても、また机上においても割れず、十分なハンドリング強度を有するものであったし、このものは平均密度が 0.72g/cm^3 で一般のOVD品の $0.3\sim 0.5\text{g/cm}^3$ に比較して高密度なプリフォームであり、この外径測定と重さの連続測定から得た密度分布は図2に示したとおりのものであった。

【0020】ついで、この多孔質ガラス母材を電気炉中において $1,500^\circ\text{C}$ で焼結し、透明ガラス化して外径87mm、長さ440mmの光ファイバ用プリフォーム母材を作ったところ、これには肉眼で観察した範囲では特に気泡の含有は見出されなかった。つぎに、これを加熱し、延伸して直径 $40\text{mm}/\phi$ の、ガラスロッドを作り、これを用いて $125\mu\text{m}/\phi$ の光ファイバを線引きしたところ、安定に線引きすることができた。

【0021】しかし、比較のために上記における火炎吹付け用バーナーからの火炎の吹付けを行なわないほかは、上記と同様にして多孔質ガラス母材をつくったところ、多孔質ガラス母材の太さが $130\text{mm}/\phi$ を過ぎた頃から急激に太くなり、 $170\text{mm}/\phi$ を過ぎた時点で縦軸方向にヒビ割れが発生した。また、同じ条件で再度試作した $170\text{mm}/\phi$ のガラス母材は机の上に置いた時点で割れてしまった。

【0022】

【発明の効果】本発明は光ファイバを安定に製造することのできる光ファイバ用プリフォーム母材の製造方法に関するもので、これは前記したように外付法によってコア用ガラス棒の外周に多孔質ガラス母材を堆積し、これを焼結透明ガラス化してなる光ファイバ用プリフォーム

母材の製造方法において、多孔質ガラス堆積用バーナーと堆積母材密度コントロール用バーナーとを各々独立に設け、平均堆積密度を $0.3\sim 2.2\text{g/cm}^3$ に調節することを特徴とするものであるが、これによればコア用ガラス棒ないしここに形成されつつある多孔質ガラス母材にはその全長にわたって酸水素火炎が吹付けられており、この火炎によって多孔質ガラス母材が常時加熱されているので多孔質ガラス母材のガラス堆積層の密度差が小さなものとなり、大型の多孔質ガラス母材でもクラック発生のないものとすることができるという有利性が与えられ、したがってこれから作られる光ファイバ用プリフォーム母材もこれから作られる光ファイバを製造する際にこれが切断したりすることがなく、安定した光ファイバを生産することができるという工業上の有利性が与えられる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による多孔質ガラス母材製造装置縦断面図を示したものである。

【図2】本発明の実施例により得られた多孔質ガラス母材の密度分布図を示したものである。

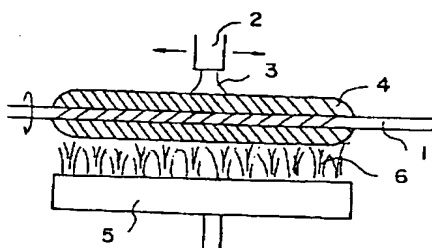
【図3】従来公知の多孔質ガラス母材製造装置の縦断面図を示したものである。

【符号の説明】

- 1、11 …… コア用ガラス棒、
- 2、12 …… 酸水素火炎バーナー
- 3、13 …… バーナー火炎
- 4、14 …… 多孔質ガラス母材
- 5 …… 火炎吹付け用バーナー
- 6 …… 酸水素火炎

【図1】

【図2】



【図3】

